第 51 卷 第 10 期 2015 年 10 月 第1242-1252页
金属学报 ACTA METALLURGICA SINICA
Vol.51 No.10 Oct. 2015 pp.1242-1252

GH4033合金短时超温后的显微组织损伤及力学性能*

童锦艳[1,2] 冯 微[1,3] 付 超[2] 郑运荣[2] 冯 强[1,2]

1) 北京科技大学国家材料服役安全科学中心, 北京 100083
2) 北京科技大学新金属材料国家重点实验室, 北京 100083
3) 北京航空材料研究院熔铸中心, 北京 100095

摘 要 对已服役的航空发动机用GH4033合金二级涡轮叶片榫头部位进行900~1100 ℃短时超温3 min热处理, 之后再进行组织表征和力学性能测试, 研究了短时超温过程中合金的组织损伤及其对室温硬度和700 ℃, 430 MPa下持久寿命的影响规律. 结果表明, GH4033合金中γ'相颗粒在短时超温过程中发生粗化和回溶现象, 当温度达到980 ℃及以上时, 保温3 min后γ'相完全回溶; 随着超温温度的升高, 晶界碳化物逐渐溶解, 1100 ℃时完全溶解, 并造成晶粒开始长大. 短时超温后叶片合金的室温硬度随着γ'相的回溶急剧下降, 当γ'相完全回溶时室温硬度降低至170 HV左右. 合金在700 ℃, 430 MPa下持久寿命随着短时超温温度的升高呈现先增大后急剧降低的规律, 其主要受γ'相的回溶与再析出以及晶界碳化物回溶的影响.

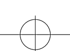
关键词 GH4033变形合金, 涡轮叶片, 超温, 显微组织, 持久性能
中图法分类号 TG146.1, TG113.2 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)10-1242-11

MICROSTRUCTURAL DEGRADATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF GH4033 ALLOY AFTER OVERHEATING FOR SHORT TIME

TONG Jinyan [1,2], *FENG Wei* [1,3], *FU Chao* [2], *ZHENG Yunrong* [2], *FENG Qiang* [1,2]
1) National Centre for Materials Service Safety, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083
2) State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083
3) Casting Center, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095
Correspondent: FENG Qiang, professor, Tel: (010)82375850, E-mail: qfeng@skl.ustb.edu.cn
Supported by National High Technology Research and Development Program of China (No.2012AA03A513) and Key Project of Chinese Ministry of Education (No.625010337)
Manuscript received 2015-05-19, in revised form 2015-07-27

ABSTRACT Service safety of turbine blades in aircraft engines are threatened by microstructural and property degradation instantly caused by overheating during service. Systematic investigations about microstructural degradation during overheating exposures and its influence on mechanical properties of turbine blades during service are limitedly reported. In this work, microstructure and mechanical properties of GH4033 alloy, which was sectioned from the shank of a serviced 2nd stage turbine blade in an aircraft engine, were studied after overheating at 900~1100 ℃ for 3 min. Microstructural degradation during overheating exposures as well as its influence on room temperature hardness and stress rupture life at 700 ℃, 430 MPa were analyzed. The results of microstructural characterization indicated that the coarsening and dissolution of γ' precipitates were introduced by overheating exposures, and all of the γ' precipitates dissolved at 980 ℃ for 3 min. Gradual dissolution of grain boundary (GB) carbides

* 国家高技术研究发展计划项目2012AA03A513和教育部技术支撑重点项目625010337资助
收到初稿日期: 2015-05-19, 收到修改稿日期: 2015-07-27
作者简介: 童锦艳, 女, 1985年生, 博士生
DOI: 10.11900/0412.1961.2015.00265



was observed with the increase of overheating temperature. Complete dissolution of GB carbides at 1100 ℃ resulted in grain growth. The room temperature hardness after overheating exposures decreased grossly with the dissolution of γ' phase. Due to the dissolution and re-precipitation of γ' phase as well as the dissolution of GB carbides, the stress rupture life under 700 ℃, 430 MPa of GH4033 alloy was initially increased and then decreased significantly.

KEY WORDS GH4033 wrought alloy, turbine blade, overheating, microstructure, rupture property

航空发动机涡轮叶片长期处于高温高压燃气和复杂应力条件下服役, 蠕变为其主要变形模式之一. 因此, 涡轮叶片通常由具有良好高温蠕变性能的镍基高温合金制备而成[1,2]. 然而, 叶片合金在正常服役或超温服役过程中会产生显微组织损伤, 从而导致其性能下降, 甚至造成叶片的失效[3~7].

不同运行状态下的涡轮叶片温度和应力会发生显著突增和骤减, 如燃油燃烧不充分引起的火焰后移、叶片冷却孔堵塞和负载突增等发动机异常运行状态, 将导致叶片的超温服役[7~10]. 涡轮叶片的超温服役通常可根据其服役温度的不同, 分为过烧和过热2大类. 当叶片的服役温度超过合金固相线温度时为过烧, 服役温度超过正常服役温度但低于合金固相线温度之间时则称为过热[7,8,11]. 对于变形高温合金涡轮叶片, 其超温服役通常表现为过热现象[11].

超温服役通常持续时间在几分钟以内, 并使得叶片合金迅速产生组织损伤和力学性能退化, 甚至可能造成机毁人亡的严重后果[9,11,12]. 因此, 为保障发动机的服役安全, 有必要研究涡轮叶片短时超温服役过程中的组织损伤机制及其对性能的影响规律. 研究[7,10,11~14]表明: (1) 高温合金涡轮叶片中γ'相随着超温温度的升高逐步发生颗粒长大、部分回溶、大量回溶和完全回溶现象, 且随着超温温度的升高和时间的延长, γ'相的体积分数不断下降, 从而导致叶片迅速发生蠕变伸长失效; (2) 短时超温还会造成叶片合金中晶界碳化物的退化. 随着超温温度的升高, 晶界碳化物依次发生厚度增加、形成连续晶界碳化物膜和回溶; 回溶后的碳化物在后续冷却和服役过程中以胞状形态重新析出, 并在其周围形成贫Cr区和贫γ'相区, 造成叶片抗氧化性能和高温强度急剧下降, 从而形成裂纹. 尽管短时超温服役的危害已众所周知, 但已有文献报道[10,12,13]仍然以失效分析为主; 针对叶片合金在短时超温过程中的组织损伤特征, 以及其对性能的影响规律研究报道非常有限, 并且由于高温合金组织的复杂性和不均匀性, 上述各种组织损伤类型对力学性能的独立和交互影响规律尚不明确.

为了避免组织复杂性和不均匀性给短时超温研究带来的困难, 本工作以服役后的低合金化、低γ'相含量的航空发动机用GH4033合金二级涡轮叶片为研究对象, 表征叶片合金在不同超温条件下的组织损伤规律, 并研究超温处理后合金室温硬度和700 ℃, 430 MPa下持久寿命的退化规律, 分析组织损伤对性能退化的影响规律及其对该型叶片超温检查的指导作用, 以期为建立变形高温合金涡轮叶片超温服役损伤评价方法奠定基础.

1 实验方法

实验材料为服役近1600 h后的航空发动机用GH4033合金二级涡轮叶片, 其化学成分(质量分数, %)为: Cr 20.57, Al 0.84, Ti 2.62, Fe 0.69, C 0.05, Si 0.45, Ni余量. 图1为该涡轮叶片的轮廓形貌, 显示叶片排气边厚度较小. 对该叶片在正常服役范围内最大运行状态下的有限元模拟分析表明[15], 靠近叶尖处服役温度最高, 约为768 ℃; 榫头处服役温度最低, 约为502 ℃, 低于GH4033合金的设计使用温度. 因此, 本工作将已服役叶片榫头区域的组织视为涡轮叶片服役前的原始状态[5].

采用STA440C型差示扫描量热仪(DSC)测量该服役叶片材料的相变规律与相变温度, DSC样品取自叶片榫头区, 测试温度范围为室温~1400 ℃, 升温速率为10 ℃/min. γ'相的溶解温度范围定义为升温曲线基线切线和溶解吸热峰起始端及终止端斜率的最大切线交点对应的温度.

超温处理试样均取自叶片榫头区, 厚度为5 mm,

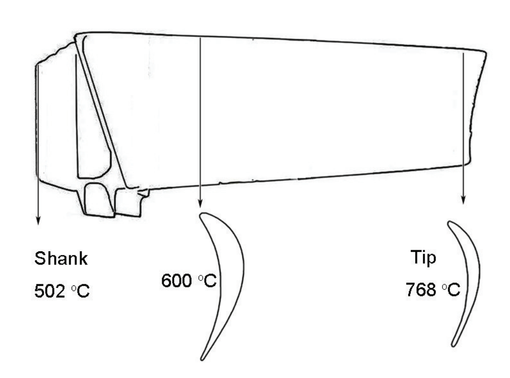


图1 GH4033合金二级涡轮叶片轮廓示意图及服役温度分布

Fig.1 Profile and temperature distribution during service of the 2nd stage turbine blade made of GH4033 alloy

超温温度分别为900, 950, 980, 1050和1100 ℃, 超温时长为3 min. 短时超温处理在空气气氛下的管式炉中进行. 当炉温升高至设计温度并稳定后放入试样, 等再次升温至设计温度后开始计时, 3 min后对样品水淬.

采用VMHT 30M型显微硬度计测试试样的Vickers硬度, 载荷为3 kg, 取6次测试结果的平均值作为最终硬度. 考虑到叶身排气边较薄, 为了便于统一叶片服役损伤评价研究过程中的性能测试样品尺寸[16], 采用非标准的板状试样进行持久寿命测试, 其形状和尺寸如图2所示. 依据HB/91-1985对GH4033合金涡轮叶片的出厂技术要求, 持久性能测试条件定为700 ℃, 430 MPa. 使用RDJ50机械式持久试验机进行实验, 实验过程均按照GB/T 2039-2009执行. 所有持久实验均为样品到实验温度并保温2 h后再加载, 断裂后的样品随炉冷却. 每种超温处理后合金取2根试样进行持久寿命测试, 取其平均值. 此外, 考虑到持久实验温度正好为GH4033合金的时效热处理温度[15], 保温过程中可能会产生组织演变. 因此, 为了研究持久实验加载前的组织特征, 对部分超温处理后样品进行700 ℃, 2 h热处理并水淬, 用于组织观察和表征.

将样品按照标准金相制样程序磨抛后, 使用$H_2C_2O_4$∶H_2O=1∶9溶液(体积比)在3 V下电解浸蚀15~20 s, 显示晶粒组织, 用4XC型光学显微镜(OM)进行观察. 以H_3PO_4∶HNO_3∶H_2SO_4=1∶3∶5溶液(体积比)为电解液, 在2.5 V下电解浸蚀1~2 s后显示试样中晶界碳化物和γ'相. 对经过1050和1100 ℃超温处理3 min后的合金采用去除碳化物的10 g $K_3[Fe(CN)_6]$+10 g KOH+100 mL H_2O溶液进行20 s左右的化学浸蚀, 显示晶界碳化物形貌. 使用SUPRA 55场发射扫描电镜(SEM)的二次电子模式(SE)对晶界碳化物和晶内γ'相形貌进行观察, 并通过SEM的能谱仪(EDS)定性测定不同相的化学成分. 使用Image Tool软件测量统计合金的平均晶粒尺寸, 其数值为5个不同视场中100个以上晶粒尺寸的平均值. 通过对10万倍下的SEM像分析来定量表征γ'相的平均颗粒尺寸和体积分数. 为保证所测量γ'相均在最表面一层, 利用Photoshop软件选择具有同样亮度的白亮γ'相颗粒进行统计测量. 采用网格法确定γ'相的体积分数; 用Image Pro软件测量随机选取的200个γ'相颗粒, 取其平均值确定其颗粒尺寸.

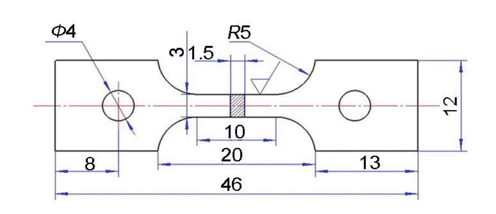


图2 GH4033合金板状持久非标样试样示意图

Fig.2 Sketch of non-standard plate-type specimen for stress rupture test (unit: mm)

2 实验结果

2.1 原始组织

图3为GH4033合金的原始微观组织. 由图可见, 合金晶粒内部和晶界上有黑色、灰色和白色衬度的碳化物颗粒, 晶内基体中弥散分布有细小的γ'相颗粒. 根据GH4033合金的组织特点[15]和EDS定性分析结果, 较大的黑色衬度颗粒为富Ti的MC碳化物; 晶内颗粒较小的灰色和白色衬度颗粒为富Cr的Cr_7C_3碳化物; 晶界上细小的半连续和不连续相为富Cr的$M_{23}C_6$碳化物. 统计结果显示, 晶内碳化物颗粒的体积分数较低, 在0.5%以内; 基体中γ'相体积分数约为14.0%, 颗粒尺寸为(26±3) nm. 晶内碳化物体积分数较低, 不会对合金的性能产生显著影响.

图4为GH4033合金的DSC升温曲线. 由图可见, 在855和1335 ℃出现明显的吸热峰. 根据该合金的相组成特点可知, 在855 ℃时, 合金基体中γ'相

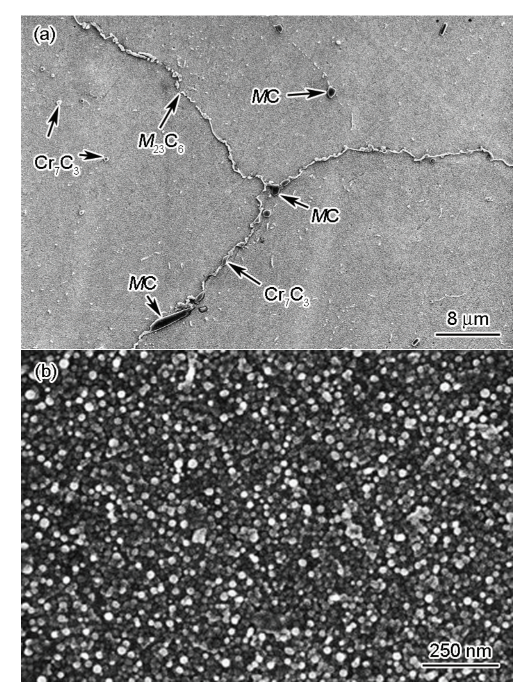


图3 GH4033合金的原始微观组织

Fig.3 Microstructures of as-received GH4033 alloy

(a) carbides along grain boundaries (GBs) and interior grain

(b) morphology of γ' precipitates

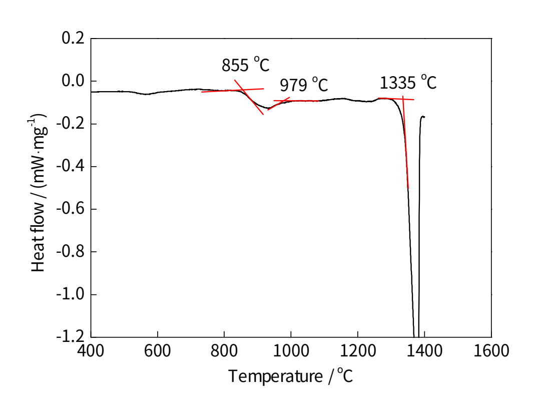


图 4　GH4033 合金的DSC曲线

Fig.4 DSC curve of as-received GH4033 alloy

开始发生溶解, 当温度达到 979 ℃时, γ′相完全溶解, 1335 ℃则为合金的固相线温度.

2.2 超温处理后组织

2.2.1 晶粒组织　晶粒形貌和晶粒尺寸是影响变形高温合金蠕变持久性能的重要因素, 而在高温条件下, 晶粒可能会发生异常长大. 图 5a 为原始GH4033 合金的OM 像. 由图可见, 晶粒呈大小相间的等轴状, 其平均晶粒尺寸为(250±25) μm. 合金经过 900, 950, 980 和 1050 ℃超温处理 3 min 并水冷后晶粒组织未发生明显变化, 与原始状态类似, 其平均晶粒尺寸分别为(245±20), (240±16), (254±15)和(250±20) μm, 未发生明显长大. 当短时超温温度升高至 1100 ℃时, 合金仍然呈大小相间的等轴晶组织, 然而其中细小晶粒数量和所占的面积比显著减少, 如图 5b 所示, 其平均晶粒尺寸增大至(279±25) μm.

2.2.2 晶界碳化物分布状态　图 6 为原始GH4033 合金及不同温度超温处理 3 min 后的晶界碳化物分布状态. GH4033 合金原始状态下的晶界碳化物主要以细小的半连续状为主, 如图 6a 所示. 经过 900 ℃超温处理 3 min 后, 晶界碳化物分布状态与原始状态相似(图 6b); 经 950 和 980 ℃保温 3 min后晶界上碳化物颗粒数量有所减少, 此时晶界碳化物以细小不连续颗粒状为主, 局部晶界上有半连续状碳化物, 如图 6c 和 d 所示. 当超温温度升高至1050 ℃以上时, 晶界碳化物大量溶解, 由于在浸蚀时采用了能够去除碳化物的Murakami 浸蚀液制备金相样品, 浸蚀后样品中黑色衬度的孔洞为碳化物被去除后留下的痕迹, 能够反映碳化物在晶界上的分布状态. 图 6e 中孔洞表明在 1050 ℃保温 3 min 后晶界上仅保留少量不连续的细小碳化物颗粒, 而在1100 ℃下保温 3 min 后晶界上碳化物则完全消失

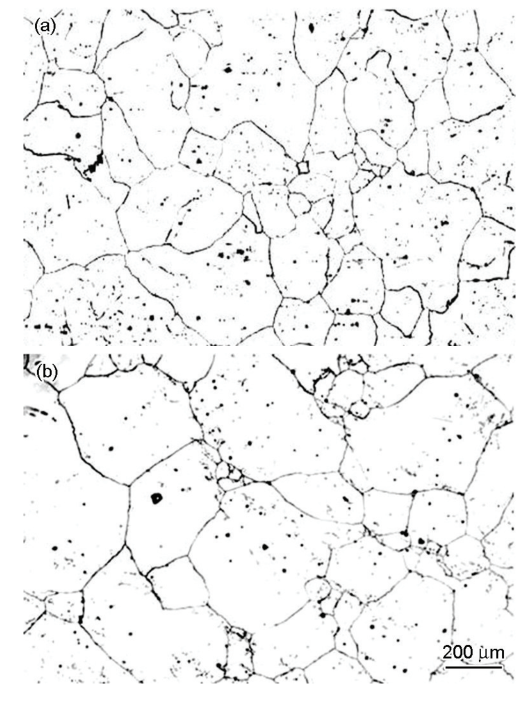


图 5　原始状态 GH4033 合金和在 1100 ℃超温处理 3 min 后的OM 像

Fig.5 OM images of as-received GH4033 alloy (a) and after overheating at 1100 ℃ for 3 min (b)

(图 6f).

2.2.3 γ′相形貌　图 7 为经过不同温度超温处理 3 min 后 GH4033 合金中的 γ′相形貌, γ′相平均颗粒尺寸和体积分数如表 1 所示. 结果表明, 短时超温处理过程中同时发生 γ′相颗粒的长大和回溶现象; 随着短时超温温度的升高, γ′相颗粒长大速率加快, 其体积分数则不断下降. 在 900 ℃, 3 min 的超温处理过程中 γ′相颗粒长大至 32 nm 左右, 其体积分数则由原始状态的 14.0% 下降至 12.0%; 温度升高至950 ℃时, 保温 3 min 后 γ′相颗粒长大至 37 nm 左右, 其体积分数进一步下降至 8.7% 左右. 当温度达到980 ℃及以上时, 合金中的 γ′相在 3 min 的保温过程中完全溶解.

2.3 超温处理后合金的硬度

图 8 为 GH4033 合金经过不同温度超温处理3 min 后的室温 Vickers 硬度. 短时超温处理后, 合金硬度迅速由原始状态的(320±10) HV 降低至标准要求范围以下, 且随着超温温度的升高, 硬度下降越显著. 合金经过 900, 950 和 980 ℃超温处理 3 min 并水冷后硬度分别为(254±12), (196±5)和(170±5) HV. 在 1050 和 1100 ℃超温处理后合金硬度不再发生进一步的下降, 与 980 ℃下的硬度一致, 分别为(168±10)和(169±3) HV. Vickers 硬度结果与合金经过不同

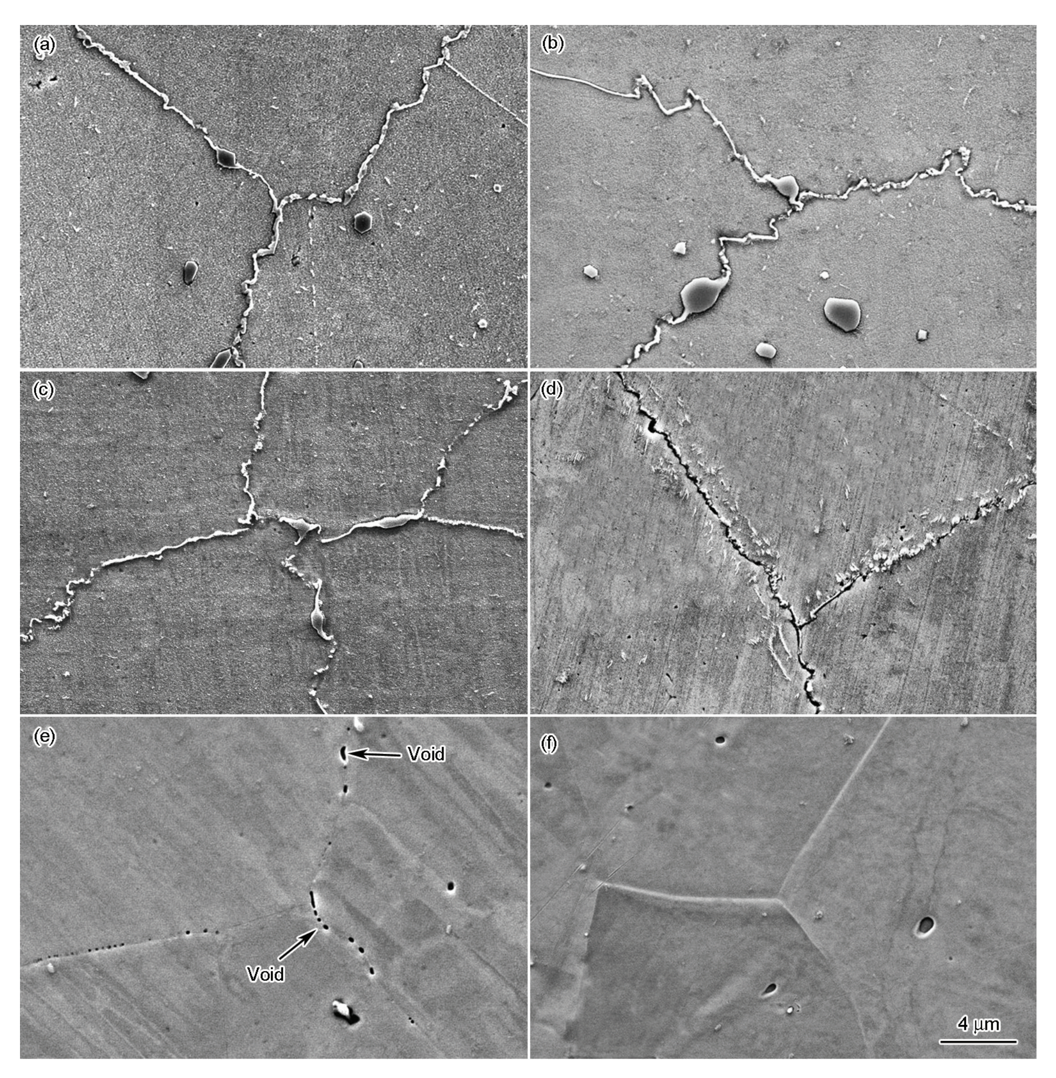


图 6 原始状态和经不同温度超温处理 3 min 并水淬后 GH4033 合金晶界碳化物的分布状态

Fig.6 Carbide morphologies along grain boundaries in as-received GH4033 alloy (a) and after overheating at 900 ℃ (b), 950 ℃ (c), 980 ℃ (d), 1050 ℃ (e) and 1100 ℃ (f) for 3 min followed by water quenching

超温处理后的 γ' 相体积分数变化规律一致, 说明 2 者之间存在一定的关系.

2.4 持久性能

2.4.1 持久寿命　　图 9 为 GH4033 合金经过不同温度短时超温处理 3 min 后在 700 ℃, 430 MPa 下的持久寿命. 由图可见, 合金持久寿命随着超温处理温度的提高出现先增加、后急剧下降的规律, 即经过 900 ℃超温处理后, 合金的持久寿命为(125.0±6.0) h, 与原始状态的(130.0±5.0) h 基本保持一致; 经过 950 ℃超温处理后合金持久寿命出现较明显的延长, 为 (169.0 ± 10.0) h; 当超温温度为 980 和 1050 ℃时, 合金的持久寿命分别降低至(3.7±0.2)和(3.3±0.2) h; 当超温温度进一步提高至 1100 ℃时, 样品在 700 ℃, 430 MPa 下仅经过 0.5 h 则断裂.

2.4.2 持久实验加载前显微组织　　为了探明合金经过 950 和 980 ℃以上超温处理 3 min 后, 在 700 ℃, 430 MPa 下持久寿命先升高后急剧降低的原因, 考虑到持久实验的保温过程中可能会发生组织演变, 因此研究了这 2 种状态合金持久实验开始加载前的组织特征. 由于 GH4033 合金在 700℃下长时时效不会发生晶粒组织改变和晶粒长大现象[16], 因此仅关注合金时效后的晶界碳化物和 γ' 相形貌. 图 10a~d 分别为经过 950 ℃, 3 min, 水冷+700 ℃, 2 h, 水冷和 980 ℃, 3 min, 水冷+700 ℃, 2 h, 水冷后合金中的晶界碳化物分布状态和基体内 γ' 相形貌. 图 10a 和 b 显示, 经过 950 ℃, 3 min 超温处理后的合金在 700 ℃下保温 2 h 后, 晶界碳化物分布状态由超温处理后(图 6c)的细小不连续颗粒状为主转变为细小半连续状为主, 合金基体内原有 γ' 相颗粒间(图 7b)重新析出相对更细小的 γ' 相颗粒, 此时 γ' 相体积分数增加至 13.5%, 与原始状态的 14.0%相当. 然而, 经过 980 ℃, 3 min 超温处理后的合金在

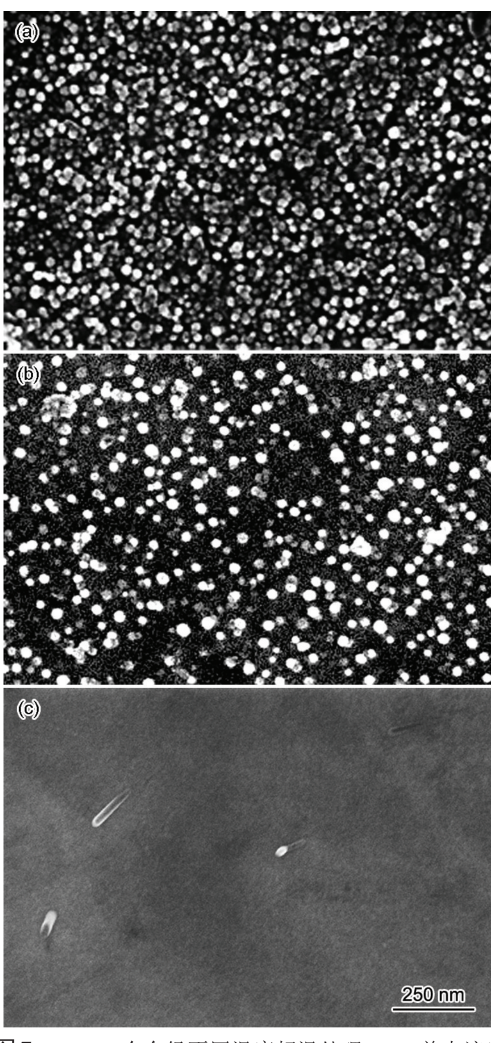


图 7 GH4033 合金经不同温度超温处理 3 min 并水淬后基体中 γ′相的形貌

Fig.7 γ′ morphologies in GH4033 alloy after overheating at 900 ℃ (a), 950 ℃ (b), 980 ℃ (c) for 3 min followed by water quenching

表 1 不同温度超温处理 3 min 后 GH4033 合金中 γ′相颗粒的平均尺寸和体积分数

Table 1 Average size and volume fraction of γ′ precipitates in GH4033 alloy after overheating at different temperatures for 3 min

Temperature / ℃	Size / nm	Volume fraction / %
As-received	26±3	14.0
900	32±4	12.0
950	37±5	8.7
980~1100	-	0

700 ℃下时效 2 h 后晶界碳化物分布状态与超温后(图 6d)保持一致, 其基体内部未观察到重新析出的 γ′相, 如图 10c 和 d 所示.

2.4.3 持久实验断后显微组织 为了进一步

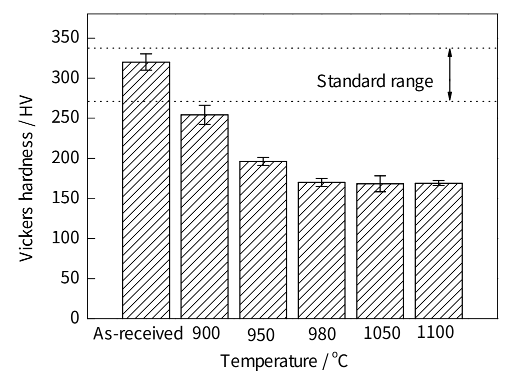


图 8 原始状态和经不同温度超温处理 3 min 后 GH4033 合金的 Vickers 硬度

Fig.8 Vickers hardness of as-received GH4033 alloy and after overheating at different temperatures for 3 min

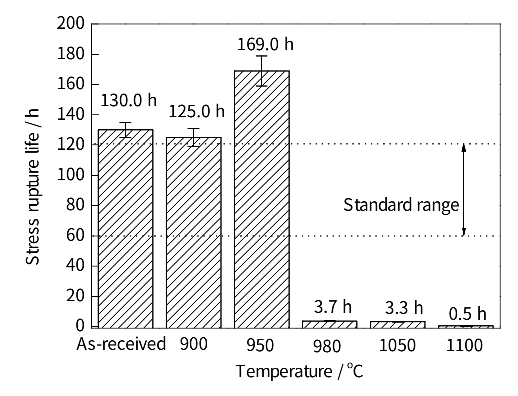


图 9 GH4033 合金经不同温度超温处理 3 min 后在 700 ℃, 430 MPa 下的持久寿命

Fig.9 Stress rupture life of GH4033 alloy after overheating at different temperatures for 3 min under 700 ℃, 430 MPa

确定合金持久断裂的原因, 分别对经过 950 和 980 ℃超温处理 3 min 后并经 700 ℃, 430 MPa 持久断后的 GH4033 合金样品靠近断口处 2 mm 左右位置进行组织观察. 图 11 为持久实验断后样品的晶界碳化物和 γ′相形貌. 其中, 晶界碳化物分布状态均与加载前相似, 如图 11a 和 c 所示; 持久实验断后样品中均观察到弥散分布的 γ′相颗粒. 经过测量统计, 950 ℃超温处理 3 min 后的样品断后 γ′相体积分数与加载前相似, 为 13.4%, 其颗粒尺寸则长大至 40 nm 左右. 980 ℃超温处理 3 min 后样品内的 γ′相在持久实验过程和断后冷却过程中重新析出, 其尺寸约为 9 nm.

3 分析讨论

晶粒度、晶界碳化物分布状态和 γ′强化相体积分数和尺寸对于变形高温合金的性能影响显著[17~20]. 通常, 大的晶粒能够减少晶界面积以降低晶界滑动的影响, 从而提高合金的性能; 而晶界碳化

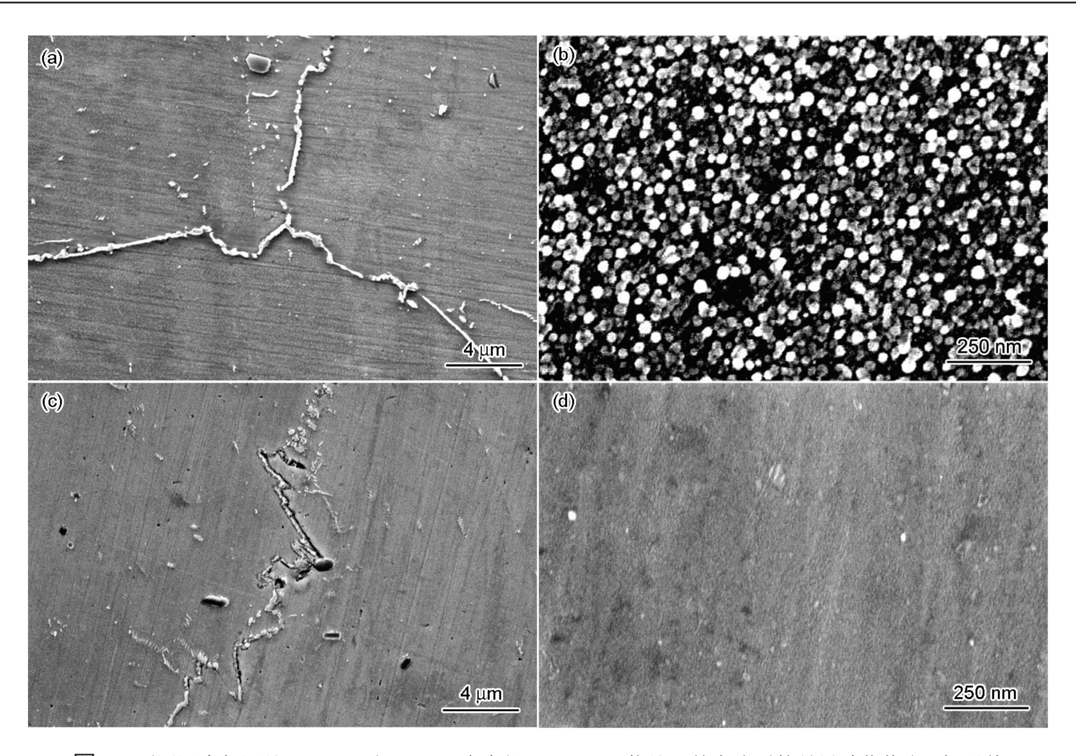


图 10 不同温度超温处理3 min后GH4033合金经700 ℃, 2 h热处理并水淬后的晶界碳化物和γ′相形貌

Fig.10 Morphologies of GB carbides (a, c) and γ′ phases (b, d) in GH4033 alloy after overheating at 950 ℃ (a, b) and 980 ℃ (c, d) for 3 min followed by heat treatment at 700 ℃ for 2 h and then water quenching

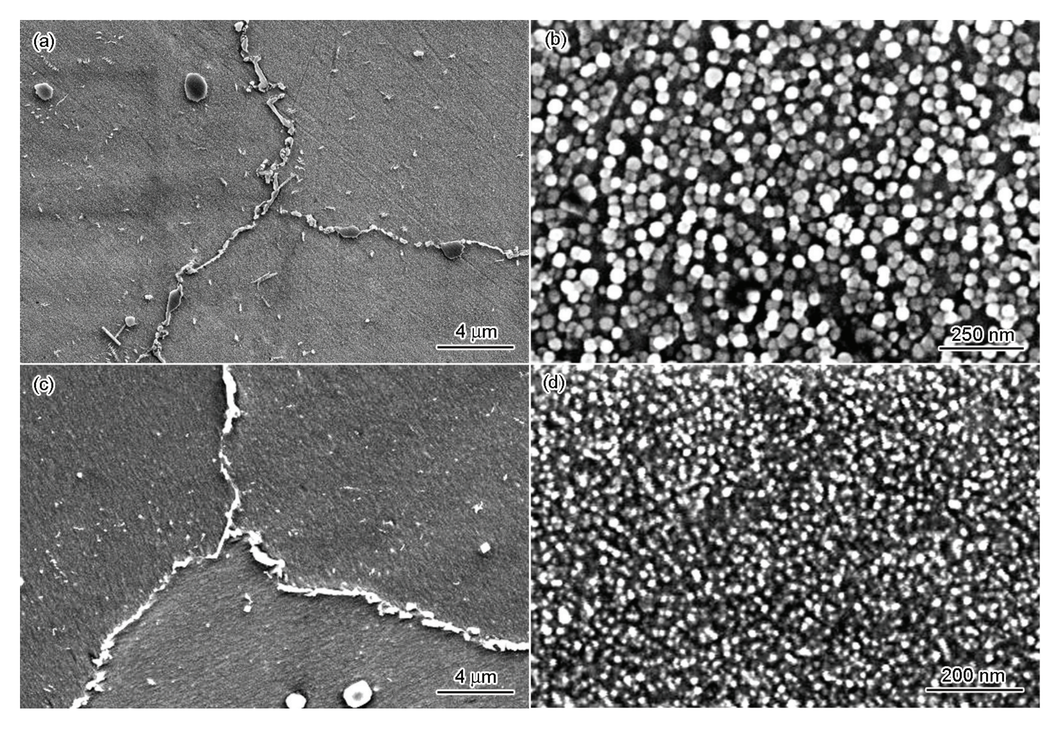


图 11 不同温度超温处理3 min后GH4033合金断后的晶界碳化物和γ′相形貌

Fig.11 Morphologies of GB carbides (a, c) and γ′ phases (b, d) of GH4033 alloy after overheating at 950 ℃ (a, b) and 980 ℃ (c, d) for 3 min followed by stress rupture at 700 ℃, 430 MPa

物的存在能够阻止晶粒异常长大, 且细小不连续颗粒状分布的晶界碳化物能够有效地阻碍高温蠕变变形过程中的晶界滑移, 进而提高合金的蠕变持久性能[18,19]. 涡轮叶片在短时超温服役过程中, 上述显微组织将发生不同形式的退化, 从而影响涡轮叶片的高温力学性能. 因此, 下文将首先分析超温处理过程中GH4033合金的组织损伤规律, 然后结合上述因素对短时超温处理后GH4033合金的700 ℃,

430 MPa持久性能和室温硬度进行分析和讨论.

3.1 超温温度对组织损伤的影响

GH4033合金被广泛用于制备服役温度在700 ℃以内的涡轮叶片[15]. 实际服役过程中, 发动机不可避免的会出现异常运行现象, 导致超温服役, 使得叶片合金性能急剧下降, 可能造成叶片的过早失效而引起事故[11]. 因此, 航空发动机异常运行的时间必须严格限制在尽量短的时间内[21]. GH4033合金涡轮叶片装机前需经过标准热处理(1080 ℃, 8 h, 空冷+700 ℃, 16 h, 空冷), 此时叶片合金中主要包含质量分数约为8.0%, 尺寸约为20 nm的γ'相球状颗粒和0.25%~0.32%的碳化物, 包括$Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3和TiC或Ti(C, N)[15,17]. 其中, $Cr_{23}C_6$碳化物主要以细小不连续颗粒状分布于晶界. 针对GH4033合金的研究[17,22~25]表明: (1) γ'相在700 ℃左右析出量最大, 且含量随温度升高逐渐降低, 在1000 ℃时完全溶解; (2) 合金中Cr_7C_3碳化物为低温不稳定相, 在1050 ℃以下发生$Cr_7C_3 \rightarrow Cr_{23}C_6$转变, 而在1050℃以上时则发生$Cr_{23}C_6 \rightarrow Cr_7C_3$转变; (3) 固溶温度在1100 ℃以下时, 晶粒长大不明显, 高于1100℃时, 晶粒迅速长大. 以往研究的固溶和时效时间较长, 通常在8 h以上, 缺乏短时超温条件下的组织演变研究.

本研究中叶片合金原始状态下的相组成为γ'相、MC型碳化物、Cr_7C_3和$M_{23}C_6$型碳化物以及γ基体. 合金的DSC曲线显示γ'相溶解温度范围在855~979 ℃之间(图4). 组织观察结果与DSC结果基本一致, 显示合金中γ'相体积分数在900~980 ℃超温处理3 min后随着温度的升高而逐步下降至0 (图7和表1), 表明γ'相的回溶速度随着超温温度的升高而加快. 短时超温过程中, 未溶解的γ'相同时还发生颗粒长大现象(表1). 随着温度的升高, 合金基体中对合金化元素的溶解度逐渐增大, 造成γ'相形成元素由γ'相颗粒向基体中扩散, 出现γ'相的回溶; 另一方面, 为了降低γ'相颗粒表面能, γ'相颗粒尺寸将增大, 而随着温度的升高, 合金化元素的扩散能力得到增强, 从而提高γ'相颗粒长大的速率.

短时超温处理后晶界碳化物分布状态观察结果显示, 900~980 ℃下短时超温3 min后晶界上仍存有大量细小碳化物; 当超温温度升高至1050和1100 ℃时, 晶界碳化物逐渐回溶并消失. 值得注意的是, 晶界上碳化物能够有效的抑制晶粒长大. 当晶界碳化物完全回溶后,晶粒尺寸在3 min内即长大了约30 μm. 上述结果表明, GH4033合金的超温组织损伤主要表现为γ'相和晶界碳化物的回溶以及晶界碳化物完全回溶引起的晶粒长大.

3.2 超温组织损伤对持久性能的影响

涡轮叶片服役过程中的变形主要由疲劳、蠕变及2者交互作用而引起, 因此通常要求叶片用高温合金具有良好的蠕变持久性能[2]. 航空工业标准HB/Z 91-1985中对出厂状态的GH4033合金涡轮叶片规定, 锻件经过最终热处理供应的合金在700 ℃, 430 MPa下的持久寿命不低于60 h. 变形高温合金的蠕变持久性能主要受合金晶粒尺寸、晶界碳化物分布状态和基体中γ'相体积分数、颗粒尺寸和分布的影响. 研究[11,18]表明, 大的晶粒尺寸、细小而不连续的晶界碳化物、高体积分数的细小γ'相颗粒对变形高温合金的持久蠕变性能有利. 然而, 涡轮叶片在经历短时超温后会产生组织损伤, 如晶粒长大、晶界碳化物的回溶与再析出、γ'相颗粒的长大与回溶等, 从而造成叶片合金的持久蠕变性能的退化.

超温处理3 min后, 当超温温度为1050 ℃时, GH4033合金的平均晶粒尺寸与原始状态的(250±25) μm相似; 当超温温度升高至1100 ℃后, 超温处理3 min后晶粒尺寸发生不太显著的长大, 长大至(279±25) μm. 因此, 在900~1100 ℃温度范围内短时超温处理后, 可近似忽略晶粒尺寸对GH4033合金在700 ℃, 430 MPa下持久寿命的影响.

3.2.1 短时超温后晶界碳化物对持久性能的影响

晶界析出物对于金属材料的强度及蠕变持久性能有着重要的影响. 一般认为均匀分布于晶界上的细小不连续碳化物颗粒能够有效地阻止晶界滑动和晶界空穴的串联长大, 提高合金的蠕变门槛应力[25]. 粗大晶界碳化物本身的断裂及其与基体间界面的剥离为蠕变断裂过程提供裂纹源, 因此应避免晶界出现间距较大的粗大碳化物[16,26].

当超温温度不低于980 ℃时, 晶内基体中γ'相均完全溶解, 晶界碳化物随着超温温度的升高而不断回溶, 造成1050 ℃超温处理3 min后晶界碳化物数量比980 ℃, 3 min后显著减少(图6d和e), 然而2者持久寿命相近, 在3.3~3.7 h范围; 1100 ℃超温处理3 min后晶界碳化物完全回溶, 由于失去晶界碳化物对晶界滑动的阻碍作用, 更加容易形成沿晶裂纹, 有利于沿晶裂纹扩展, 合金持久寿命进一步降低至0.5 h. 综上所述, 在晶界碳化物不发生完全回溶的前提下, 晶界碳化物分布状态、回溶程度的差异不会对超温后GH4033合金的持久寿命产生明显影响; 晶界碳化物完全溶解将导致合金持久寿命的进一步降低. 值得注意的是, 经过950和980 ℃超温

处理3 min后, GH4033合金中晶界碳化物分布状态类似, 而基体中γ'相体积分数分别为8.7%和0 (表2), 其对应的持久寿命分别为169.0和3.7 h (图9), 表明γ'相对合金持久寿命有着显著影响. 因此, 需要进一步分析超温后基体中γ'相对持久性能的影响.

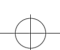
3.2.2 短时超温后γ'相对持久性能的影响 作为高温合金中的主要强化相, γ'相的体积分数和尺寸对合金的蠕变持久性能有着重要的影响. 研究[27]表明, γ'相体积分数越高, 合金的强度和蠕变持久性能越好; 相同体积分数条件下, γ'相颗粒尺寸越小, 合金的蠕变性能越好. 赵越等[18]在对GH864合金的超温研究过程中发现随着超温温度的升高, 合金中γ'相不断回溶和长大, 体积分数持续下降, 导致合金持久性能的逐步下降. 此外, 对U720Li合金的研究[2,28]还表明, 合金中超细的三次γ'相颗粒能够有效地阻止基体中位错的运动, 从而提高合金的蠕变性能.

GH4033合金在900~1100 ℃下超处理温3 min后, 随着超温温度的升高, γ'相回溶程度不断提高, 直至980 ℃时发生完全回溶(图7和表1). 同时, γ'相颗粒在超温处理过程中还出现颗粒粗化现象. 合金经过900 ℃超温处理3 min后, 其体积分数和颗粒尺寸分别为12.0%和32 nm, 与原始状态相似(表1), 因而该条件下短时超温处理的合金在700 ℃, 430 MPa下持久寿命与原始状态也相当(图9). 950 ℃超温处理3 min后合金基体中γ'相体积分数降低至8.7%, 颗粒尺寸则长大至约37 nm, 其持久寿命却略有增加; 980 ℃及更高温度下超温处理3 min后的合金中γ'相完全回溶, 其持久寿命则急剧降低(表1和图9), 这主要是由持久实验过程中重新析出γ'相颗粒的差异造成的. γ'相颗粒的析出需要经历形核和长大2个阶段, 形核后长大至一定程度才能观察到. 950 ℃超温处理后γ'相部分回溶使得合金基体处于过饱和状态, 同时还存在未完全回溶的超细γ'相颗粒, 直接为γ'相在持久实验过程中2 h保温阶段的重新析出提供驱动力和形核点, 于是基体内原有γ'相颗粒间迅速重新析出相对更细小的γ'相颗粒, γ'相体积分数升高至与原始状态相当. 这些后续析出的细小γ'相颗粒能够有效地阻碍位错在基体中的滑移, 从而强化基体, 造成合金持久寿命增加. 然而, 对于980 ℃及更高温度下超温处理3 min的合金来说, 尽管由γ'相完全回溶造成的基体过饱和度更大, 但是基体中不存在未溶解的γ'相颗粒作为原始形核点, 因此γ'相重新析出所需的形核时间较长, 不利于γ'相在后续热处理中短时间内重新析出. 因此, 在持久实验加载前的700 ℃, 2 h保温过程中基体中未观察到γ'相颗粒, 使得合金在持久实验加载初期完全失去γ'相颗粒的强化作用, 便于位错的滑移, 最终导致持久寿命的急剧降低.

涡轮叶片的短时超温研究需要探明叶片材料在超温过程中的显微组织损伤规律, 组织损伤对超温温度下和超温后重新回到正常服役温度范围内力学性能的影响, 以及探索合理的恢复热处理制度以消除组织损伤的影响, 从而尽可能延长叶片的使用寿命. 本工作就GH4033合金在超温过程中的组织损伤及其对正常服役温度范围内性能的影响进行了研究. 根据上述分析可知, GH4033合金涡轮叶片在经历短时超温服役后(980 ℃以下), 发生γ'相回溶而造成其体积分数明显降低时: (1) 若后续服役过程的降温、升温过程中能够重新析出γ'相, 或者正常服役温度接近合金的时效温度700 ℃时, γ'相将得以重新析出, 从而强化基体, 使得叶片合金在700 ℃, 430 MPa下的持久寿命与原始状态相当, 满足航标HB/Z 91-1985中对GH4033合金涡轮叶片的持久性能要求; (2) 若后续服役过程中的降温, 升温过程不能重新析出γ'相, 且叶片实际服役温度低于700 ℃时[16], 则在短时间内基体中将不能补充析出足够的γ'相, 可能导致叶片在实际服役温度和应力条件下性能的显著下降, 从而为服役安全带来隐患. 当超温温度达到甚至超过980 ℃时, 合金基体内γ'相完全回溶: (1) 若后续服役过程中的降温, 升温过程不能重新析出γ'相, 且在正常服役温度范围内亦不能快速重新析出γ'相, 将导致叶片合金在700 ℃, 430 MPa下的持久性能急剧降低, 不再符合航标HB/Z 91-1985对其持久寿命的要求, 为服役安全带来隐患; (2) 若后续服役过程中应力较小, 叶片不发生失效, 经过长期的后续服役, 使得叶片合金基体有足够的时间重新析出γ'相, 则叶片合金的性能将可能恢复. 需要指出的是, 除研究上述经历短时超温后重新回到正常服役温度范围内的组织和力学性能外, 针对超温组织损伤对短时超温温度下力学性能的影响以及如何消除组织损伤(特别是针对铸造高温合金), 目前本课题组正在进行相关的短时超温蠕变和恢复热处理研究工作.

3.3 GH4033合金涡轮叶片超温处理后的室温硬度检查

尽管持久蠕变性能是涡轮叶片服役过程中最



重要的性能之一, 然而其测试周期长、成本高昂, 不便于在叶片寿命周期管理的维护检验过程中实施. 对于低合金化、低γ′相含量的高温合金涡轮叶片, 其γ′相的溶解对超温温度极为敏感, 并且无法在快速冷却过程中重新析出, 因而造成叶片合金显微硬度的退化[11,28,29]. 因此, 对于这类涡轮叶片, 如GH4033合金叶片, 室温显微硬度的测量是其超温检查的简便方法, 具有操作简单, 易于获取结果的特征. 除γ′相外, 高温合金的硬度通常还受晶粒尺寸、晶内和晶界碳化物以及基体内固溶强化效果的影响[30].

本研究中室温硬度测试采用Vickers硬度计, 其压痕尺寸在100 μm以内, 小于GH4033合金不同条件超温处理后的平均晶粒尺寸. 此外, 合金中晶内碳化物颗粒体积分数在0.5%以内, 呈颗粒状分布于晶内, 颗粒间距较大, 如图3a所示. 因此, 本工作近似忽略晶粒尺寸和碳化物对合金室温硬度的影响, 合金硬度主要由基体中γ′相和晶界碳化物影响. 随着基体中γ′相不断回溶造成的体积分数逐步降低, GH4033合金的硬度相应地逐渐降低(表1和图8); 当基体中γ′相完全回溶后, 随着温度的继续升高, 晶界碳化物不断回溶, 而相应的硬度则均为170 HV左右, 无明显差别(图6和8). 综上所述, GH4033合金涡轮叶片短时超温处理造成的γ′相回溶是影响室温硬度最显著的因素.

使用室温硬度来判断低合金化变形高温合金涡轮叶片的超温状态是目前行业中简单易行且行之有效的方法[11]. 但是, 需要指出的是, 本研究结果表明, 不能以此作为判定叶片是否能够继续服役的方法. 涡轮叶片的服役性能和使用寿命通常受其持久蠕变性能影响, 超温后的涡轮叶片是否可以继续服役需结合其持久蠕变性能测试结果. 针对GH4033合金涡轮叶片, 航标HB/Z 91-1985的出厂技术要求规定, GH4033合金涡轮叶片锻件经过最终热处理供应的Vickers硬度应在268~339 HV, 其在700 ℃, 430 MPa下的持久寿命应不低于60 h. 本研究结果显示, 经过900~1100 ℃超温处理3 min后的GH4033合金的硬度值均低于标准要求, 即根据硬度测试结果, 经短时超温后的合金均不合格. 短时超温处理后合金的持久性能测试结果却显示, 经过900和950 ℃超温处理3 min后的合金持久寿命分别为125.0和169.0 h, 仍然符合技术要求; 980 ℃及以上温度下超温处理3 min后的合金持久寿命均不合格. 结合900~1100 ℃短时超温处理后GH4033合金的组织特征可知: (1) 超温温度不高于950 ℃时, 合金内γ′相发生不完全回溶, 室温硬度虽然降低至低于航空工业标准的要求范围, 但是由于在700 ℃, 430 MPa持久实验加载前的2 h保温过程中, 合金基体中重新析出γ′相颗粒, 最终造成其700 ℃, 430 MPa持久寿命仍然符合技术要求; (2) 当超温温度不低于980 ℃时, 基体内γ′相完全回溶, 合金的室温硬度保持在170 HV左右, 此时其700 ℃, 430 MPa下的持久寿命不符合航空工业标准的要求. 因此, 170 HV左右的室温硬度可作为GH4033合金超温损伤造成持久性能不合格的间接判据. 当室温硬度低于技术要求且高于170 HV时, 为了准确地评价其超温损伤程度, 必须再补充700 ℃, 430 MPa下的持久性能测试.

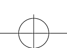
值得注意的是, 不同叶片类型(锻造、等轴晶铸造和定向铸造等)、不同牌号合金以及不同过热状态下的组织损伤程度都可能不一样. 并且, 在超温服役检查过程中即使判别出过热也不等同于叶片报废. 报废判据的条件需要结合超温状态下的力学性能和外场使用经验来确定. 由此看来, 涡轮叶片的超温服役是一个复杂的过程, 需要针对具体的叶片材料作系统研究, 分析超温过程中的组织损伤规律及其对服役性能的影响, 并研究用以消除组织损伤的恢复热处理工艺, 加深对超温服役的理解, 从而最终把握报废判定标准的尺度, 取得更好的经济效益.

4 结论

(1) GH4033合金在900~1100 ℃超温处理3 min后的组织损伤表现为γ′相的回溶、晶界碳化物的回溶及晶粒的长大. 其中γ′相体积分数由原始状态的14.0%降低至在950 ℃时的8.7%, 980 ℃及以上则完全回溶; 1050 ℃下超温后合金晶界碳化物出现明显回溶, 温度升高至1100 ℃时, 晶界碳化物完全回溶, 并伴随晶粒的开始长大;

(2) 发生超温组织损伤后, 合金在700 ℃, 430 MPa下的持久寿命随着γ′相的完全回溶, 由原始状态下的130.0 h急剧降低至980 ℃超温处理3 min后的3.7 h左右. 晶界碳化物完全回溶之前, 其分布状态对持久寿命不产生明显影响. 当晶界碳化物完全回溶后, 持久寿命进一步减低至0.5 h左右;

(3) 在900 ℃以上超温处理3 min后, 合金的室温Vickers硬度均低于航空工业标准的要求范围(268~339 HV), 且随着γ′相体积分数的降低而降低. 当室温硬度为170 HV左右时, 可作为GH4033合金中γ′相完全回溶和超温损伤造成其持久性能不符合



标准要求的间接判据. 当室温硬度在170 HV以上时, 需对合金进行持久性能测试, 从而判断其超温服役损伤程度.

感谢西安航空发动机集团田飞研究员、北京百慕合金有限公司董天祥高级工程师在航空发动机涡轮叶片设计、制备与装配方面知识上的帮助; 感谢北京科技大学新金属材料国家重点实验室郑为为副教授和何建平副研究员在持久性能测试和SEM上的帮助.

参考文献

[1] Reed R C. *The Superalloys Fundamentals and Applications*. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 2006: 18

[2] Guo J T. *Materials Science and Engineering for Superalloys*. Vol.3, Beijing: Science Press, 2010: 508
(郭建亭. 高温合金材料学(下册). 北京: 科学出版社, 2010: 508)

[3] Feng Q, Tong J Y, Zheng Y R, Wang M L, Wei W J, Zhao H L, Yuan X F, Ding X F. *Mater China*, 2012; 31(12): 21
(冯 强, 童锦艳, 郑运荣, 王美玲, 魏文娟, 赵海龙, 袁晓飞, 丁贤飞. 中国材料进展, 2012; 31(12): 21)

[4] Koul A, Wallace W. *Met Mater Trans*, 1983; 14A: 183

[5] Liburdi J, Lowden P, Nagy D, De Priamus T R, Shaw S. *Proc ASME Turbo Expo*, Orlando: International Gas Turbine Institute, 2009: 819

[6] Yoo K B, Lee H S. *Mater Sci Forum*, 2010; 654-656: 2523

[7] Liu Q Q. *Manufacture Technologies and Failure Analyses of Blades in Aircraft Engines*. Beijing: Aviation Industry Press, 2011: 98
(刘庆瑔. 航空发动机叶片制造技术及失效分析. 北京: 航空工业出版社, 2011: 98)

[8] Tao C H. *Faiture Analysis and Prevention for Rotor in Aero-Engine*. Beijing: National Defense Industry Press, 2008: 1
(陶春虎. 航空发动机转动部件的失效与预防. 北京: 国防工业出版社, 2008: 1)

[9] Zhao W X, Li Y, Fan Y W, Zheng Y R. *J Mater Eng*, 2012; (8): 39
(赵文侠, 李 莹, 范映伟, 郑运荣. 材料工程, 2012; (8): 39)

[10] Tawancy H M, Al-Hdhrami L. *Eng Fail Anal*, 2008; 15: 1027

[11] Cai Y L, Zheng Y R. *Metallographic Research of Superalloys*. Beijing: National Defense Industry Press, 1986: 228
(蔡玉林, 郑运荣. 高温合金的金相研究. 北京: 国防工业出版社, 1986: 228)

[12] Sun S Z, Li S Y, Zheng Y R. *J Mater Eng*, 1990; (3): 45
(孙淑珍, 李淑媛, 郑运荣. 材料工程, 1990; (3): 45)

[13] Li Y, Hou X Q, Tao C H, Jiang T. *J Iron Steel Res*, 2011; 23(suppl 2): 452
(李 莹, 侯学勤, 陶春虎, 姜 涛. 钢铁研究学报, 2011; 23(增刊2): 452)

[14] Liu D L, Zhang W F, Li C G, Miao H B. *Heat Treat Met*, 2007; 32(1): 71
(刘德林, 张卫方, 李春光, 缪宏博. 金属热处理, 2007; 32(1): 71)

[15] Gao Y. *New Manufacture Technologies, Metallograph Atlas and Manual for Data of Superalloys*. Beijing: Science and Technology of China Press, 2006: 57
(高 原. 高温合金生产新工艺新技术与金相图谱及常用数据速用速查手册. 北京: 中国科技文化出版社, 2006: 57)

[16] Tong J Y, Ding X F, Wang M L, Zheng Y R, Yagi K, Feng Q. *Mater Sci Eng*, 2014; A618: 605

[17] Xu Y L, Jin Q M, Xiao X S, Cao X L, Jia G Q, Zhu Y M, Yin H J. *Mater Sci Eng*, 2011; A528: 4600

[18] Zhao Y, Gai X Y, Song G H. *Phys Test Chem Anal: Phys Test*, 2007; 43A: 498
(赵 越, 盖秀颖, 宋贵宏. 理化检验: 物理分册, 2007; 43A: 498)

[19] Bridges P J, White C H, Durber G L R. *The Nimonic Alloys*. Bristol: Edward Arnold Ltd, 1974: 33

[20] Richards E. *J Inst Met*, 1968; 96: 365

[21] Carter T J. *Eng Fail Anal*, 2005; 12: 237

[22] Zhang L H. *Heat Treat*, 2003; 18(3): 26
(张立红. 热处理, 2003; 18(3): 26)

[23] Ge T T. *Master Thesis*, University of Science and Technology Beijing, 2006
(葛婷婷. 北京科技大学硕士学位论文, 2006)

[24] Voice W E, Faulkner R G. *Met Mater Trans*, 1985; 16A: 511

[25] Furillo F T, Davidson J M, Tien J K, Jackman L A. *Mater Sci Eng*, 1979; A39: 267

[26] Iwashita C H. *PhD Dissertation*, Lehigh University, Bethlehem, 1998

[27] Bhowal P, Wright E, Raymond E. *Met Trans*, 1990; 21A: 1709

[28] Locq D, Caron P, Raujol S, Pettinari-Sturmel F, Coujou A, Clement N. In: Green K A, Pollock T M, Harada H, Howson T E, Reed R C, Schirra J J, Walston S eds., *Superalloys 2004*, Pennsylvania: TMS, 2004: 179

[29] Sun K J, Gai X Y, Li C X. *Phys Test Chem Anal: Phys Test*, 2009; 7A: 393
(孙克君, 盖秀颖, 李晨希. 理化检验: 物理分册, 2009; 7A: 393)

[30] Osada T, Nagashima N, Gu Y F, Yuan Y, Yokokawa T, Harada H. *Scr Mater*, 2011; 64: 892

(责任编辑:罗艳芬)

